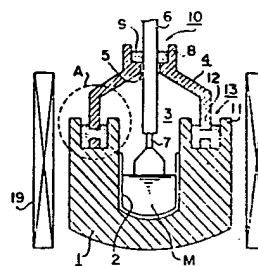


87-017765/03 L03 U11 HITD 29.05.85
 HITACHI CABLE KK *J6 1275-186-A
 29.05.85-JP-114250 (05.12.86) C30b-15 H011-21/18
 Growing single crystal of uniform compsn. - by lifting up seed crystal
 from molten liq. raw material in crucible
 C87-007236

(4-D1)

Single crystal is grown by lifting up seed crystal from raw material of molten liq. in crucible. Crucible container vessel has on its top a detachable cover, and crystal lifting-up shaft is provided on the cover. Edge of cover is liq. sealed to open edge of crucible container vessel. Liq. sealing keeps contains vessel at adequate pressure range all the time.

ADVANTAGE - Decompsn. of gp. V element from raw material molten liq. and grown single crystal is minimised so that single crystal of uniform compsn. is obtd. (5pp Dwg.No.1/8)



© 1987 DERWENT PUBLICATIONS LTD.

128, Theobalds Road, London WC1X 8RP, England

US Office: Derwent Inc. Suite 500, 6845 Elm St. McLean, VA 22101

Unauthorised copying of this abstract not permitted.

117/215
 453

⑫ 公開特許公報(A) 昭61-275186

⑬ Int. Cl.⁴C 30 B 15/00
H 01 L 21/18

識別記号

庁内整理番号

8518-4G
7739-5F

⑭ 公開 昭和61年(1986)12月5日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全5頁)

⑮ 発明の名称 単結晶引上装置

⑯ 特 願 昭60-114250

⑰ 出 願 昭60(1985)5月29日

⑱ 発 明 者 島 田 隆 司 日立市日高町5丁目1番1号 日立電線株式会社電線研究
所内⑲ 発 明 者 高 橋 善 春 日立市日高町5丁目1番1号 日立電線株式会社電線研究
所内⑳ 発 明 者 齊 藤 博 日立市日高町5丁目1番1号 日立電線株式会社電線研究
所内

㉑ 出 願 人 日立電線株式会社 東京都千代田区丸の内2丁目1番2号

㉒ 代 理 人 弁理士 絹谷 信雄

明 細 書

1. 発明の名称

単結晶引上装置

2. 特許請求の範囲

(1) ルツボ内に収容された原料融液から種結晶を引上げつつ単結晶を成長させる単結晶引上装置において、上部が開放され上向きに上記ルツボを収容するルツボ収容部と、該ルツボ収容部の開口部にこれを覆うべく着脱自在に設けられた蓋体と、上記ルツボから上記蓋体方向に昇降自在に設けられた結晶引上軸と、上記ルツボ収容部の開口縁部に設けられ、上記蓋体の端縁部を液封すると共に上記ルツボ収容部内を所定の圧力に維持するための液封手段とを備えたことを特徴とする単結晶引上装置。

(2) 上記液封手段が、上記ルツボ収容部の開口縁部に沿って上記蓋体の周端縁部を収容すると共に内部に封止液が充填された溝部と、該溝部内の封止液中に浸漬された上記蓋体の端

縁部に形成され、封止液中で互いに内外を結ぶ連通路とより成ることを特徴とする特許請求の範囲第1項記載の単結晶引上装置。

(3) 上記液封手段の溝部が、上記蓋体の端縁部をその中央部で挟むように形成されると共に上記蓋体の端縁部内外側にそれぞれ上記封止液を収容するように構成したことを特徴とする特許請求の範囲第2項記載の単結晶引上装置。

(4) 上記結晶引上軸が、上記蓋体の上部中央から上記ルツボ収容部に挿通され、上記蓋体との間に液封手段が設けられたことを特徴とする特許請求の範囲第1項、第2項又は第3項記載の単結晶引上装置。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は、原料融液に直接接する液体封止剤をなくすることができる単結晶引上装置に関する。

〔従来の技術〕

一般に、揮発しやすいV族元素を含むGaAs(ガリウムヒ素)、GaSb(ガリウムアンチモン)、InAs(インジウムヒ素)等のIII-V族化合物半導体の単結晶を製造する方法として、水平ブリッジマン法と液体封止引上法とが主に知られている。

水平ブリッジマン法は、長尺なボート内に収容した原料融液を密閉容器内に収容すると共にこれよりV族元素の揮散を防止する必要から密閉容器内をV族元素の蒸気圧で充填し、ボートの長手方向に沿って形成した温度傾斜を徐々にその長手方向に沿って移動させて他端から単結晶を成長するようになっている。

また、液体封止引上法は、石英ガラスなどよりなるルツボ内に原料融液を収容して、V族元素の解離蒸発を直接抑制する目的で透明な高粘性の酸化ホウ素(B_2O_3)により原料融液の表面を被い、低圧または高圧の不活性ガス雰囲気中で原料融液から種結晶を引上げることにより単結晶を成長するようになっている。

力に維持するようにし、もって不純物の原因となる液体封止剤を用いることなく且つ構造も複雑化することなく比較的容易に高純度の単結晶を得ることができる単結晶引上装置を提供するにある。

〔発明の概要〕

上記目的を達成する本発明の構成は、ルツボを収容するルツボ収容部の上部に着脱自在に蓋体を設け、この蓋体に収容部内へ昇降自在に結晶引上軸を形成し、上記ルツボ収容部の開口縁部に、上記蓋体の端縁部を密封すると共に収容部内を所定の圧力範囲内に維持するための液封手段を設け、この液封手段の作用により収容部内を常時適正な圧力範囲に維持するようにしたことを要旨とする。

〔実施例〕

以下に、本発明の好適一実施例を添付図面に基づいて詳述する。

第1図は本発明に係る単結晶引上装置を示す縦断面図、第2図は第1図中A部拡大図である。

図示する如く1は上部が開放された有底円筒体状の肉厚なルツボ収容部であり、これに内接して、

〔発明が解決しようとする問題点〕

ところで、上記した水平ブリッジマン法にあつては、比較的純度の高い良好な単結晶を得ることができるが、V族元素の蒸気圧を制御するために高度な制御技術が必要となるのみならず、適正な温度傾斜を維持するための装置類が複雑化し、またこれらを制御するためにも高度な制御技術が必要であった。

一方、上記液体封止引上法は、上記水平ブリッジマン法に比較して装置自体も簡単で且つ操作も比較的容易であるが、V族元素の揮散防止のために導入した液体封止剤がごく微量ではあるが成長単結晶中に混入し、このため単結晶中に転位等の格子欠陥が発生し、用途によっては悪影響を及ぼす場合があった。

〔発明の目的〕

本発明は、以上のような問題点に着目し、これを有効に解決すべく創案されたものである。

本発明の目的は、液封手段を用いることによりルツボの収容されるルツボ収容部を常に最適な圧

内部にIII-V族化合物半導体単結晶の原料融液Mを収容した石英ガラス製のルツボ2が上向きに設けられている。上記ルツボ収容部1の開口部3には、これを覆って全体が下方へ傘状に拡開されると共に下端部を鉛直方向へ筒体状に延出させた比較的重量物の蓋体4が着脱自在に取付けられており、内部に密閉空間を形成している。この蓋体4の中央天頂部には上下方向に貫通する挿通孔5が形成され、この挿通孔5にこの内径より僅かに小径な結晶引上軸6が挿通されており、ルツボ2から蓋体方向に昇降自在に設けられている。この結晶引上軸6の下端部には種結晶7を取付けて、これを上昇させることにより原料融液Mから単結晶を引上げるようになっている。上記蓋体4の天頂部には上記挿通孔5を囲繞する如く上方へ起立した環状の壁8が設けられており、この壁8内に高温で液体になる高粘性の封止液9を充填することにより液封手段10を構成しており、引上軸6と挿通孔5の内壁との間隙は封止液9で充填される。

一方、上記ルツボ収容部1の開口縁部11には、上記蓋体4の端縁部12を密封すると共にルツボ収容部1内を所定の圧力に維持するための液封手段13が設けられている。具体的には、第2図にも示す如くこの液封手段13は、蓋体4の端縁部12全体を収容すべくルツボ収容部1の開口縁部11に沿って上方に開放させて形成されて内部に封止液14を収容する溝部15と、上記蓋体4の端縁部12に形成されて封止液14中で互いに内外を結ぶ連通路16とにより主に構成されている。

上記溝部15の幅は蓋体端縁部12の内厚よりも十分に幅広に形成されており、この端縁部12を溝部15の幅方向ほぼ中央部で挟みこむように形成されている。従って、封止液14は蓋体端縁部12の内外側にあたかも分割されたかの如く収容されることになる。

また、上記連通路16は、例えば第3図乃至第5図に示す如く蓋体4の端縁部12に円形、四角形、三角形などの種々の形状にその内外を貫通して形成した開口部17…により構成してもよく、

或は第6図乃至第8図に示す如く端縁部12の下端部に半円形、カギ形、逆V字形状に切欠いた切欠部18…により構成してもよい。そして、各開口部17や切欠部18の全体は十分に封止液14中に浸漬されることになる。この連通路16は蓋体周方向に沿って適宜配置されている。上記溝部15内に貯えられる封止液14は、高温において高粘性の液体になる例えば $8:0:3$ などを用いる。

また、封止液14の液柱はすなわち連通路16の上端部とルツボ収容部1の内外圧力が同じ場合における封止液面との間の距離に相当する液圧だけルツボ収容部1内の上層圧力が外層圧力より高く維持されることになり、所望する上層圧力となるように溝部15内に収容する封止液量を調整する。

このように形成されたルツボ収容部1の外周側には、この全体を加熱するためのヒータ19が設けられている。

次に、以上のように構成された本発明の作用について説明する。

まず、Ⅲ-V族化合物半導体単結晶の原料を収容したルツボ2をルツボ収容部1内に入れる。そして、ルツボ収容部1の開口縁部11に形成した液封手段13の一部を構成する溝部15内に封止液14を適量入れ、開口部3を蓋体4で被う。この封止液14としては、高温になって融解して液体になるものや常温から液状態であるものなど、どちらを用いてもよく、特に、透明で高粘性な $8:0:3$ などが好ましい。

そして、蓋体4の天頂部に形成した挿通孔5に結晶引上軸6を挿通し、液封手段10の一部を構成する壁8内に上記と同様な封止液9を導入して、引上軸6と挿通孔5の内壁との間隙を封止液により充填する。尚、封止液が高粘性であることから、これが僅かな間隙内を流下してルツボ収容部1内に滴下することはない。

そして、ルツボ収容部1の外側に設けたヒータ19により、これを加熱することによりルツボ2中では原料融液Mが製造され、封止液の材料が室温において固体である場合にはヒータ19の加熱

によりこれを液体とする。封止液の材料が液体になった状態でルツボ収容部1の内部は外部雰囲気と完全に遮断される。すなわち、蓋体4の端縁部12は、溝部15内の封止液14中に連通路16も含めて完全に浸漬されることになる。

そして、この状態で結晶引上軸6を徐々に上昇させることにより、この下端部に取付けた種結晶7に連続して単結晶が徐々に引上げられることになる。

この単結晶成長過程において、ルツボ収容部1内の圧力が所定の設定圧よりも高くなるとルツボ収容部1の開口縁部11に設けた液封手段13の作用により、ルツボ収容部1内の内圧が抜けて、内圧の上昇が設定圧に適正に維持される。

すなわち、液封手段13の溝部15内に充填した封止液14のうち蓋体端縁部12の内側に位置する部分が内圧により押し下げられ、この液面が連通路16を構成する開口部17或は18に達したときにこれを通じて内壁のガス圧がルツボ収容部1の外部に流出してガス圧が抜け、内圧の上層

が適正に維持されることになる。この場合における内圧の上限値は、内外圧力の平衡時における液柱1に相当する液圧だけ外圧に比較して内圧が高くなり、従って封止液14の充填量は、所望する内圧上限値となるように液柱1の長さを考慮して決定される。

ルツボ収容部1内のガスが封止手段13の作用により抜けた直後には、内圧が微小量だけ急激に降下し、その後また徐々に内圧上限値まで上昇して前記と同様な圧抜きが行なわれる。従って、ルツボ収容部1内の揮発性成分の圧力は、単結晶成長過程において所定の設定圧を内圧上限値として常に適正な圧力範囲内で変動することとなる。

このように、ルツボ収容部1の開口縁部に蓋体4の端縁部12を液封するための液封手段13を設けることにより、ルツボ収容部1の内圧が所定値以上に上昇すると液封手段13の作用により圧抜きがされ、内圧を単結晶成長過程の通常に所定の圧力範囲内に維持することが可能となる。

〔発明の効果〕

以上要するに、本発明によれば次のような優れた効果を発揮する。

- (1) ルツボ収容部の開口縁部に、蓋体の端縁部を液封するための液封手段を設けたので、ルツボ収容部内の揮発性成分の圧力を常に適正な圧力範囲内に維持することが出来る。
- (2) 従って、原料融液及び成長単結晶からV族元素が分解して揮散することを可及的に抑制することができ、組成の均一な単結晶を得ることが出来る。
- (3) 従来の液体封止引上法と異なり、原料融液上に液体封止剤を置かないので、この液体封止剤の影響による格子欠陥が発生することがない。
- (4) 単に、液封手段を設けるだけで、複雑な装置を必要としないので構造も簡単化でき、容易に品質良好な単結晶を得ることが出来る。

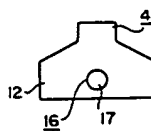
4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明に係る単結晶引上装置を示す

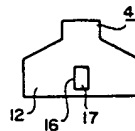
縦断面図、第2図は第1図中A部拡大図、第3図乃至第5図は蓋体に形成された開口部を示す平面図、第6図乃至第8図は蓋体に形成された開口部を示す切欠部である。

尚、図中1はルツボ収容部、2はルツボ、4は蓋体、6は結晶引上軸、7は種結晶、13は液封手段、14は封止液、15は溝部、16は連通路である。

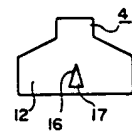
第3図



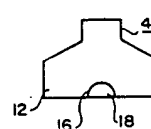
第4図



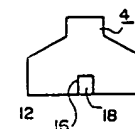
第5図



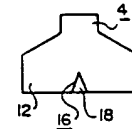
第6図



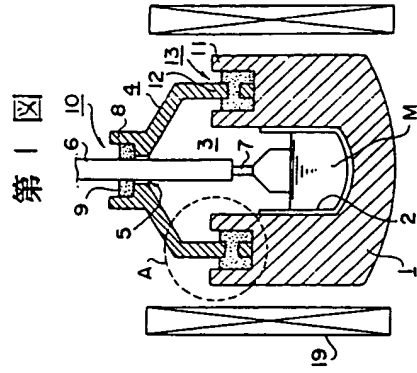
第7図



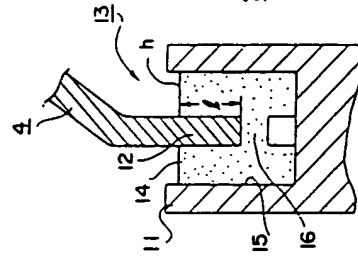
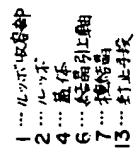
第8図



特許出願人 日立電線株式会社
代理人 弁理士 絹谷信雄



一 課



第二圖